

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-074816

(43)Date of publication of application : 14.03.2000

(51)Int.Cl.

G01N 15/12
G01N 15/02

(21)Application number : 10-248930

(71)Applicant : NIRECO CORP
BEKKUMAN KOORUTAA KK

(22)Date of filing : 03.09.1998

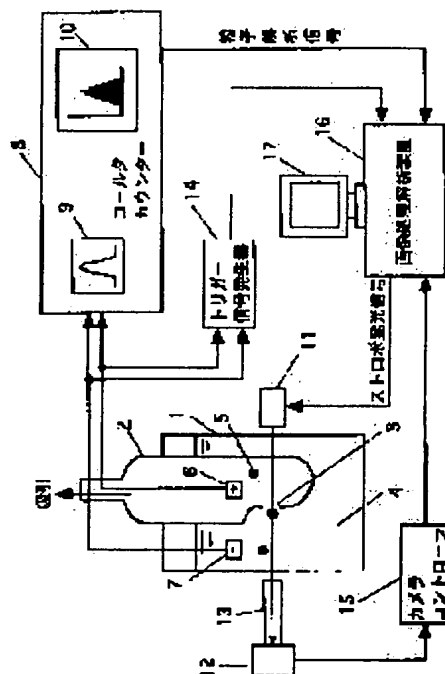
(72)Inventor : AIKAWA KATSUYASU
KOBAYASHI MASAOKI
KOBAYASHI SUICHIRO
IMAI HIDEAKI
YO HAYAAKI
IIIDA TAKAHIRO

(54) PARTICLE ANALYTICAL DEVICE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a particle analytical device capable of measuring securely the volume and the number of particles, and capable of three-dimensional analysis from the volume and the projected area of the particles.

SOLUTION: This particle analytical device is equipped with a particle detecting device 8 for measuring the volume and the number of particles 5 by measuring the change of an electric resistance between both electrodes at the time of passing of the particles 5 through an opening 3, after arranging a tube 2 having the opening 3 in electrolytic solution 4 and after installing electrodes 6, 7 in the inside and the outside of the tube 2, a stroboscope 11 for illuminating the opening 3 at the timing of the change of the electric resistance, a camera 12 for imaging the particles 5 illuminated by the stroboscope 11, and a picture image processing device 16 for executing image analysis of the particles 5 from the picture image imaged by the camera 12 and the particle data detected by the particle detecting device 8.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 05.11.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or

application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3662423

[Date of registration]

01.04.2005

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-74816

(P2000-74816A)

(43) 公開日 平成12年3月14日 (2000.3.14)

(51) Int.Cl.⁷

識別記号

F I

テーマコード* (参考)

G 0 1 N 15/12
15/02

G 0 1 N 15/12
15/02

E
B

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平10-248930

(22) 出願日 平成10年9月3日 (1998.9.3)

(71) 出願人 000135254

株式会社ニレコ

東京都八王子市石川町2951番地 4

(71) 出願人 598120447

ベックマン・コールター株式会社

東京都港区虎ノ門3丁目5番1号

(72) 発明者 相川 勝保

東京都八王子市石川町2951番地 4 株式会
社ニレコ内

(74) 代理人 100097515

弁理士 堀田 実 (外1名)

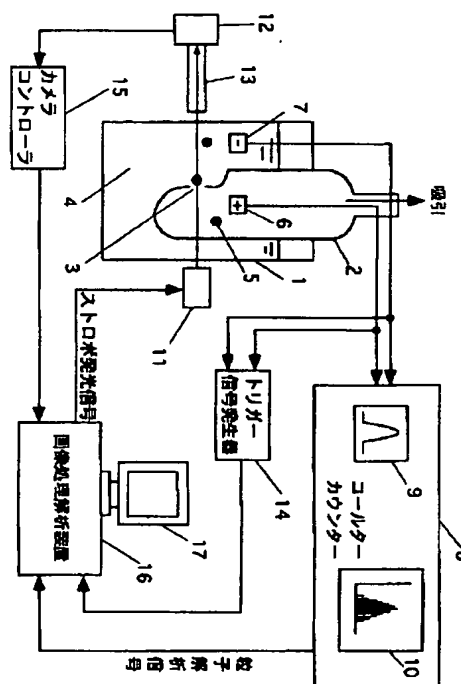
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 粒子解析装置

(57) 【要約】

【課題】 粒子の体積と数を確実に測定でき、さらに粒子の体積と投影面積から三次元的解析が可能な粒子解析装置を提供する。

【解決手段】 電解液 4 中に開口 3 を有するチューブ 2 を配置し、チューブ 2 の内側と外側に電極 6、7 を設け、粒子 5 が開口 3 を通過する際の両電極間の電気抵抗の変化を測定して粒子 5 の体積と数を測定する粒子検出装置 8 と、電気抵抗の変化するタイミングで開口 3 を照明するストロボ 11 と、このストロボ 11 により照明された粒子 5 を撮像するカメラ 12 と、このカメラ 12 で撮像した画像と粒子検出装置 8 で検出した粒子データとから粒子 5 の画像解析を行なう画像処理装置 16 と、を備える。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 電解液中に開口を有するチューブを配置し、チューブの内側と外側に電極を設け、粒子が開口を通過する際の両電極間の電気抵抗の変化を測定して粒子の体積と数を測定する粒子検出装置と、前記電気抵抗の変化するタイミングで前記開口を照明するストロボと、このストロボにより照明された粒子を撮像するカメラと、このカメラで撮像した画像と前記粒子検出装置で検出した粒子データとから粒子の画像解析を行なう画像処理装置と、を備えたことを特徴とする粒子解析装置。

【請求項 2】 前記カメラは光学系にハーフミラーを有し、ストロボからの光をハーフミラーで反射して粒子を照射し、その反射光がハーフミラーを透過するのを撮像することを特徴とする請求項 1 記載の粒子解析装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、電解液中に分散した粒子を電氣的に捉え光学的に撮像して解析する粒子解析装置に関する。

【0002】

【従来の技術】金属粉やトナー粒子などの粒子形状や数量の計測方法としていくつかの方法が用いられている。このような粒子を電氣的に計測する方法としてコールター法がよく知られており、図 4 はコールター法を用いた粒子計測装置を示す。コールター法は図 4 に示すように容器 1 に粒子が分散した電解液 4 を入れ、粒子 5 が通過できる開口 3 を設けたチューブ 2 を配置し、チューブ 2 の内側と外側にそれぞれ電極 6、7 を設け、チューブ 2 内も電解液 4 で満たし、上部より電解液 4 を吸引するようにする。開口 3 を通り電解液 4 とともに粒子 5 が開口 3 を通過してチューブ 2 内に入る。この時、開口 3 中の電解液 4 は粒子 5 の容積に相当する量だけ減少し、開口 3 の電気抵抗はこの排除された電解液量に比例して、より大きくなる。従って、粒子 5 の容積に比例した電気抵抗変化が開口部に生じる。両電極 6、7 間に一定電流を流すと、両電極 6、7 間の電圧変化量が開口 3 の電気抵抗の変化量に比例して大きくなる。この電圧変化量から粒子の体積が測定でき、電圧変化回数から粒子の開口 3 の通過数を計数することができる。これをコールター法の原理と言い、この方法を用いて粒子を計測する装置をコールターカウンターと呼んでいる。

【0003】図 4 において、9 は第 1 モニタを示し、1 個の粒子 5 が通過した際の電圧の変動を示す。この波形の積分値が粒子 5 の体積に比例した値を表す。10 は第 2 モニタを示し、電圧変化回数と電圧波形の積分値から一定時間に通過した粒子の体積分布のヒストグラム（粒子の粒度分布）を示す。横軸は粒子の体積を示し、縦軸は粒子数を示す。

【0004】図 5 は液体中に分散した粒子をカメラで撮像し、画像解析することにより粒子の大きさや数を測定

する装置の、試料と撮像装置を示す図である。シースフローセルと言う透明の流路の中央に粒子を含む液体よりなる試料を流し、この両側にシース液と言う透明の液を流して、試料が中央を流れるようにする。シースフローセルを挟んでストロボと CCD カメラを配置し、CCD カメラの前には対物レンズを配置し粒子の拡大画像を得る。ストロボは一定時間間隔で発光し、このときの試料を CCD カメラで撮影する。得られた画像は図示しない画像処理装置により画像解析し、粒子の二次元的形状や個数を測定する。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかし、図 4 に示すコールターカウンターの場合、開口に 2 つの粒子が重なって入ってきたとき、これを 1 つの粒子として体積と個数を計測してしまう場合が発生する。また図 5 に示す装置の場合、一定時間間隔、例えば 1/30 秒毎にストロボを発光して撮影するため、粒子が存在しない画面や重なり過ぎた画像が得られ、このような重なり過ぎた画像では粒子の大きさや数を画像処理装置で解析できない場合が発生する。

【0006】本発明は、上述の問題点に鑑みてなされたもので、粒子の体積と数を確実に測定でき、さらに粒子の体積と投影面積から三次元的解析が可能な粒子解析装置を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため請求項 1 の発明では、電解液中に開口を有するチューブを配置し、チューブの内側と外側に電極を設け、粒子が開口を通過する際の両電極間の電気抵抗の変化を測定して粒子の体積と数を測定する粒子検出装置と、前記電気抵抗の変化するタイミングで前記開口を照明するストロボと、このストロボにより照明された粒子を撮像するカメラと、このカメラで撮像した画像と前記粒子検出装置で検出した粒子データとから粒子の画像解析を行なう画像処理装置と、を備える。

【0008】電極間の電気抵抗の変化時にストロボを発光して撮影するので、開口を通過する粒子の画像を得ることができる。また開口を複数の粒子が通過するとき、画像から複数の粒子を確認できるので、このようなデータを排除することにより、複数の粒子の合計体積を 1 個の粒子の体積としたり、複数の粒子を 1 個と誤って計測することも防止できる。また、粒子の体積と二次元画像を組み合わせることにより粒子の三次元的解析が可能になる。また、開口にカメラの視野を合わせ、この開口を通過する粒子を撮影するので、粒子の鮮明な画像が得られる。

【0009】請求項 2 の発明では、前記カメラは光学系にハーフミラーを有し、ストロボからの光をハーフミラーで反射して粒子を照射し、その反射光がハーフミラーを透過するのを撮像する。

【0010】ハーフミラーにより粒子の反射光をカメラで撮像することにより、粒子の形状のみならず色まで撮像することができ、粒子の解析に役立つ。例えば、色彩の違いから粒子の特定を確実にこなうことができる。

【0011】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施形態を図面を参照して説明する。図1は第1実施形態の粒子解析装置の構成を示す図である。1は透明な容器で、粒子5が分散している電解液4を入れるものである。容器1内には透明なチューブ2が配置され、下部には粒子5が通る開口3が設けられ、上部は内部の電解液4を吸引するポンプにつながるホースに接続されている。なお、サイホンの原理で吸引するようにしてもよい。開口3の直径の大きさは計測する粒子5に応じた大きさとなっており、例えば、小さなもので $15\mu\text{m}$ 、大きなもので $2000\mu\text{m}$ と広い範囲の粒子に対応できるようになっている。開口3の径の2%~60%程度の径の粒子を測定することができる。

【0012】チューブ2内に+の電極6、チューブ2外の容器1内に-の電極7が設けられ、一定電流を流している。電流は開口3を通り両電極6、7間を流れる。開口3は厚みがありそのみで電気抵抗を有している。チューブ2上部より電解液4を吸引すると、粒子5は電解液4とともに開口3を通過する。このとき粒子5の容積に相当する量の電解液4が減少し、開口3の電気抵抗は減少した電解液4の量に比例して大きな値となる。電極6、7間には一定電流が流れており、この抵抗変化は電圧変化となって表れるので、この電圧変化量から粒子5の体積を計測することができ、電圧変化の回数から粒子5の数を計測する。なお、チューブ2内を-電極、外を+電極としてもよい。

【0013】コールターカウンター8はコンピュータを有しており、両電極6、7の電圧変化信号を入力し、電圧変化波形を積分して粒子の体積を求め、電圧変化数を計数して一定時間に開口3を通過する粒子5の数や粒子5の粒度分布などを出力することができる。第1モニタ9には粒子5の電圧変化波形が示され、第2モニタ10には粒子5の大きさ別の分布を示すヒストグラムが示されている。本装置は市販されている。

【0014】容器1を挟んで、その中心線がチューブ2の開口3を通るように、ストロボ11と顕微鏡13を装備したカメラ12が配置されている。トリガー信号発生器14は両電極6、7からの電圧変化信号を入力し、電圧パルスにして出力する。この電圧パルスがストロボ11の発光信号となる。カメラコントローラ15はカメラ12の制御をするとともにカメラ12で撮像した画像を画像処理解析装置16へ出力する。

【0015】画像処理解析装置16は、トリガー信号発生器14からの電圧パルスを入力し、ストロボ11へストロボ発光信号として出力する。この際、電圧パルスの

立ち上がり、立ち下がり、またはその中間で発光するようにストロボ発光信号を設定することにより、粒子5が開口3に入る前の状態、開口3を通過した状態、通過中の状態などを撮像することができる。

【0016】画像処理解析装置16は、コールターカウンター8からの粒子解析信号とカメラ12からの撮像データを入力して画像解析する。撮像データは粒子5の投影形状であり、この形状や面積の解析が行われるが、コールターカウンター8からの粒子5の体積データを用いることにより、粒子の三次元的解析も可能になる。例えば、粒子5が回転楕円形状や円筒形状と分かていれば、楕円の長径や短径、円筒の径や長さなどを精度よく解析することができる。

【0017】モニタ17はカメラ12が撮像した画像や解析結果をリアルタイムに表示する。図2は、粒子5が開口3を通過する状況を示すもので、(A)は開口3を通過前、(B)は開口3を通過中、(C)は開口3を通過後の状況を示す。

【0018】図3は第2実施形態を示す。図1と同一符号は同一のものを表す。第2実施形態は第1実施形態が粒子の透過光を撮像するのに対し、反射光を撮像する点が相違し、他は同じである。顕微鏡18の光学系にハーフミラー19を光軸20に 45° 傾斜して設け、光軸20に直角方向からストロボ11の照射光を照射すると、ハーフミラー19で反射した照射光は粒子5で反射し、ハーフミラー19を透過してCCDカラーカメラ21に撮像される。図1に示す透過光を撮像する場合、投影光になるため粒子5の色彩は得られないが、図3のように反射光とすることにより、粒子5の鮮明な色彩が得られる。これにより粒子5の正確な解析が可能になる。

【0019】

【発明の効果】以上の説明より明らかなように、本発明は、従来粒子の測定に特徴を有するコールター法（電気抵抗法）と画像処理解析法を、電気抵抗法特有の信号を利用して一体とし、両法の優れた解析方法を実現するのみに止まらず、新たに、両方法で得られるデータより粒子の三次元的解析を可能にした。また電気抵抗法では得られなかった、粒子がチューブの開口を通過する状態を鮮明に撮像することができ、粒子の解析を精度よく行なうことができるようになった。また照明をカメラと同軸照射することにより、鮮明なカラー画像を得ることが出来る。さらに粒子の状況はモニタ画面にリアルタイムに表示されるので、複数粒子を1個と判断するような誤計測も排除される。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の第1実施形態の構成を示す図である。

【図2】チューブ開口を粒子が通過して行く過程を示す図である。

【図3】本発明の第2実施形態の構成を示す図である。

【図4】従来のコールター法による粒子計測装置を説明

する図である。

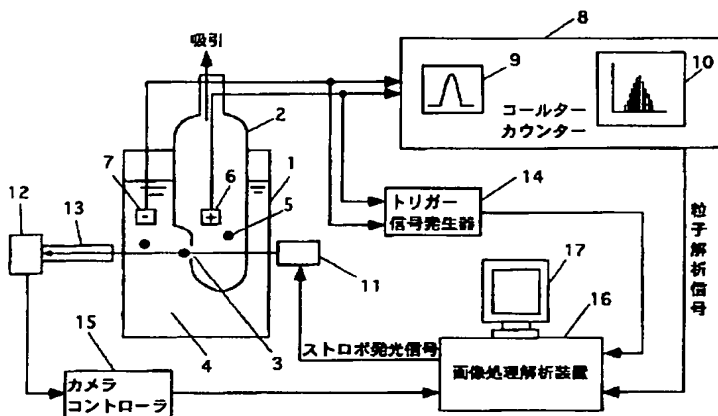
【図5】従来の画像処理解析法による粒子計測装置を説明する図である。

【符号の説明】

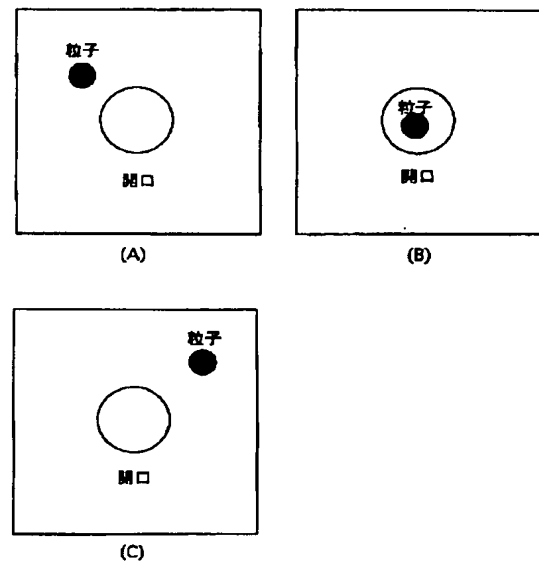
- 1 本体
- 2 チューブ
- 3 開口
- 4 電解液
- 5 粒子
- 6, 7 電極
- 8 コールターカウンター
- 9 第1モニタ

- 10 第2モニタ
- 11 ストロボ
- 12 カメラ
- 13 顕微鏡
- 14 トリガー信号発生器
- 15 カメラコントローラ
- 16 画像処理解析装置
- 17 モニタ
- 18 顕微鏡
- 19 ハーフミラー
- 20 光軸
- 21 CCDカラーカメラ

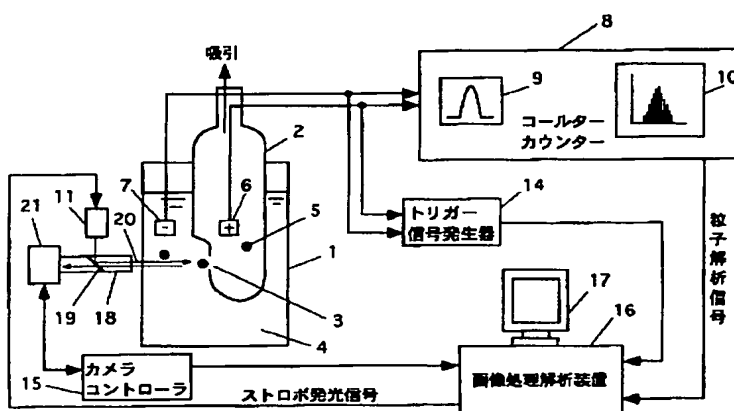
【図1】



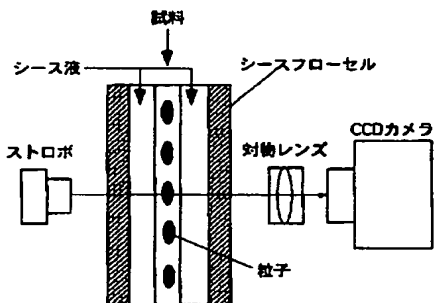
【図2】



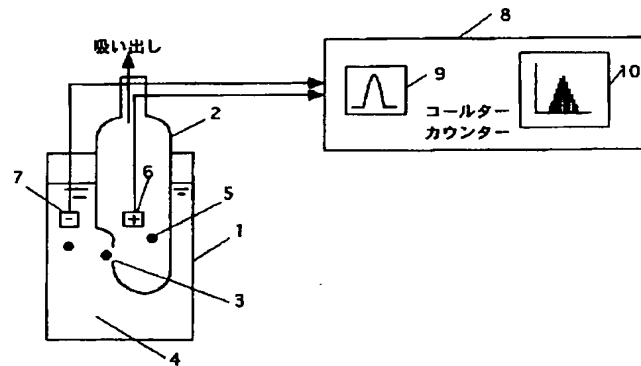
【図3】



【図5】



【図4】



フロントページの続き

(72) 発明者 小林 正明
 東京都八王子市石川町2951番地4 株式会
 社ニレコ内

(72) 発明者 木場 崇一郎
 東京都八王子市石川町2951番地4 株式会
 社ニレコ内

(72) 発明者 今井 英明
 東京都港区愛宕1丁目1番10号 コールタ
 一株式会社内

(72) 発明者 楊 逸明
 東京都港区愛宕1丁目1番10号 コールタ
 一株式会社内

(72) 発明者 飯田 隆宏
 東京都港区愛宕1丁目1番10号 コールタ
 一株式会社内